



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 60779

(13) A

(51) 7 G01N21/78

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДВидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ КІЛЬКІСНОГО ВИЗНАЧЕННЯ АМІНАЛОНУ

1

2

(21) 2003021495

(22) 20 02 2003

(24) 15 10 2003

(46) 15 10 2003, Бюл. № 10, 2003 р.

(72) Коржова Алла Станіславівна, Петренко Володимир Васильович

(73) ЗАПОРІЗЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ МЕДИЧНИЙ  
УНІВЕРСИТЕТ, Коржова Алла Станіславівна, Петренко Володимир Васильович

(57) Спосіб кількісного визначення аміналону, який включає обробку проби кольорореагентом, нагрівання і вимірювання оптичної густини забарвленого розчину, який відрізняється тим, що як кольорореагент використовують 1,3-диметилалоксан та додатково проводять реакцію комплексоутворення за допомогою солей  $Cd^{2+}$

Винахід стосується галузі аналітичної хімії, а саме способу кількісного визначення аміналону і може бути використаний в лабораторіях по контролю якості ліків, а також ВТК хіміко-фармацевтичних заводів

Підвищення чутливості методів кількісного аналізу є актуальним в аналітичній практиці. Прямая спектрофотометрія не завжди може бути використана, а тому впровадження кольорореагентів для потреб спектрофотометрії у видимій ділянці спектру є важливим

Відомий спосіб кількісного визначення аміналону, який полягає у розчиненні проби, що аналізується у льодяній оцтовій кислоті і титруванні одержаного розчину розчином хлорної кислоти у середовищі льодяної оцтової кислоти з індикатором кристалічним фіолетовим (Фармакопейная стаття-42-1019-75)

Спільними суттєвими ознаками аналогу та способу, що заявляється, є розчинення проби

Недоліком цього способу є використання токсичних розчинників (льодяна оцтова кислота), мала чутливість, тривалість аналізу та суб'єктивність фіксування кінця титрування

Найбільш близьким за технічною сутністю і результатами, що досягаються, є спосіб, який полягає в обробці аналізованої проби аміналону 2мл 10% розчину алоксану у диметилформаміді (ДМФА), нагріванні в киплячому водяному огрівнику протягом 3 хвилин, перенесенні реакційної суміші у мірну колбу місткістю 25мл, доведенні до міткі ДМФА та вимірюванні оптичної густини при 526нм (В.В. Петренко, Н.М. Тупчий, Хім.-фарм журн., 1980, №2, С. 106-109)

Спільними суттєвими ознаками прототипу та способу, що заявляється, є обробка проби кольорореагентом, нагрівання та вимірювання оптичної густини

Недоліком прототипу є недостатня чутливість

В основу винаходу поставлено задачу удосконалення способу кількісного визначення аміналону шляхом використання 1,3-диметилалоксану як кольорореагенту, що забезпечить підвищення чутливості

Поставлена задача вирішується тим, що у способі, який включає обробку проби кольорореагентом, нагрівання та вимірювання оптичної густини забарвленого розчину новим є те, що як кольорореагент застосовують 1,3-диметилалоксан та додатково проводять реакцію комплексоутворення за допомогою солей  $Cd^{2+}$

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляються, та досягнутим технічним результатом є підвищення чутливості реакції визначення аміналону в субстанції за рахунок введення нового ступеню в метод кількісного визначення, а саме, використання солей  $Cd^{2+}$ , як комплексоутворювача. Комплексоутворення додатково приводить і до підвищення стійкості продукту реакції

Спосіб здійснюють таким чином: розчинену пробу аміналону обробляють 1,3-диметилалоксаном у середовищі диметилформаміду (ДМФА) при нагріванні в киплячому водяному огрівнику, продукт реакції переводять у внутрішньокмплесну сполуку з солями  $Cd^{2+}$ , які в порівнянні з іншими ( $Ca^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ) найбільш підви-

(13) A

(11) 60779

(19) UA

щують чутливість реакції і вимірюють оптичну густину забарвленого розчину

Приклад Кількісне визначення аміналону в субстанції Точну наважку аналізованого зразка в межах 0,0200-0,0250г розчиняють в 10мл дистильованій воді в мірній колбі місткістю 100мл, доводять до мітки ДМФА і перемішують До 1мл одержаного розчину додають 2мл свіжовиготовленого 3% розчину 1,3-диметилалоксану та нагрівають в водяному огрівнику 5 хвилин, після охолодження додають 1мл 2% водного розчину  $\text{CdCl}_2$ , переносять у мірну колбу місткістю 25мл, доводять ДМФА до мітки, ретельно перемішують Паралельно проводять дослід зі стандартним розчином аміналону та розчином-фоном (контроль), який не вміщує об'єкт дослідження

Вимірюють оптичну густину аналізованих розчинів на фоні контролю за допомогою спектрофо-

тометру при 485нм в кюветах з товщиною шару 1см

Розрахунок кількісного вмісту аміналону проводять за формулою

$$C\% = \frac{A - C_0 \cdot 2500}{A_0 \cdot p \cdot 1}, \text{ де}$$

A - оптична густина аналізованого розчину,

$A_0$  - оптична густина стандартного спектрофотометруемого розчину,

$C_0$  - концентрація стандартного спектрофотометруемого розчину (0,00088г/100мл),

p - наважка, г,

2500 - коефіцієнт, враховуючий розбавлення,

1 - товщина шару, см

Результати кількісного визначення аміналону в субстанції наведені в табл 1

Таблиця 1

Наважка, г	Знайдено, %	Метрологічні характеристики
0,0238	100,3	$\bar{x} = 100,9$
0,0218	101,3	$S^2 = 0,2505$
0,0222	100,9	$S = 0,5005$
0,0228	101,5	$\Delta x = 1,286$
0,0216	101,2	$\varepsilon = 1,274$
0,0212	100,4	

Порівняльні характеристики пропонуемого способу з відомим наведені в табл 2

Таблиця 2

Порівнюваний параметр	Спосіб	
	відомий	пропонуємий
Застосований реагент	алоксан гідрат	1,3-диметилалоксан
Відкривальний мінімум	0,79мкг/мл	0,50мкг/мл

Як видно з табл 2, спосіб, що пропонується, підвищує чутливість реакції в 1,6 рази і може бути застосований в практиці лабораторій по контролю якості ліків та ВТК хіміко-фармацевтичних заводів та біофармацевтичному аналізі